

⑫ 公開特許公報(A)

平1-113454

⑬ Int. Cl.⁴C 08 L 63/00
C 08 K 9/06

識別記号

NLD
CAM

庁内整理番号

7602-4J

⑭ 公開 平成1年(1989)5月2日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全3頁)

⑮ 発明の名称 エポキシ樹脂組成物の製法

⑯ 特 願 昭62-271051

⑰ 出 願 昭62(1987)10月26日

⑱ 発 明 者 林 隆 夫 大阪府門真市大字門真1048番地 松下電工株式会社内

⑲ 出 願 人 松下電工株式会社 大阪府門真市大字門真1048番地

⑳ 代 理 人 弁理士 竹元 敏丸 外2名

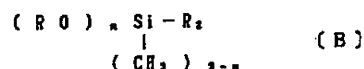
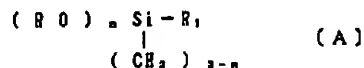
明 細 書

1. 発明の名称

エポキシ樹脂組成物の製法

2. 特許請求の範囲

(1) エポキシ樹脂にシリカ粉末を配合する工程を有するエポキシ樹脂組成物の製法において、シリカ粉末の粒子の表面に下記一般式(A)で表わされるエポキシシランを反応させ、ついで下記一般式(B)で表わされるアミノシランを反応させた後、アミノシランのアルコキシ基を加水分解させて表面処理シリカを得、つぎにこれをエポキシ樹脂に配合することを特徴とするエポキシ樹脂組成物の製法。



ここでRはCH₃またはC₂H₅基であり、

R₁はエポキシ基を含むラジカル、

R₂はアミノ基を含むラジカルである。

3. 発明の詳細な説明

(技術分野)

本発明は、エポキシ樹脂組成物の製造技術に関するものである。

(背景技術)

エポキシ樹脂は、耐熱性、耐電気絶縁性、耐薬品性が良好である上に、機械強度が大で、しかも強い接着力を持つ。このため従来から、エポキシ樹脂は接着剤、あるいは積層板などに代表される電子機器ないし電子部品を構成するための基材、トランジスタなどを被覆するための封止材料用のベースレジンとして使用されていた。

特に最近では、エレクトロニクス分野においてIC用封止材料としての需要が拡大している。

一般に、成形材料のようなエポキシ樹脂組成物は、エポキシ樹脂、硬化剤、硬化促進剤、充填剤、カップリング剤、難燃剤、離型剤、着色剤などを配合して製造する。すなわち、これらの原料を配合し、混練して組成物となし、これを成形材料として使用する。

以上のようにして得たエポキシ樹脂成形材料により電子部品等を封止したものが、熱ヒートサイクル等を受けた場合、樹脂の膨張または収縮により内部応力が発生し、これにより素子に应力がかかり、素子の機械的性質、電気的性質に影響するという問題があった〔材料技術 (Vol.4, No.9, P27、材料技術研究協会発行、朝総合技術出版)〕。この問題を解決するために、応力を低下させる方法の一つとして弾性率を低下させる方法が考えられる。

〔発明の目的〕

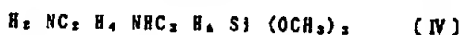
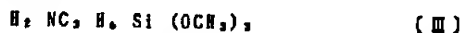
本発明は、弾性率の低い硬化物を与えるエポキシ樹脂組成物を得ることを目的とする。

〔発明の開示〕

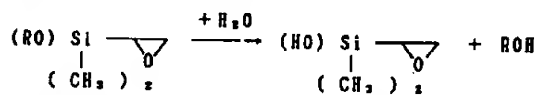
この発明は、エポキシ樹脂成形材料に、充填剤として配合されるシリカ粉末にエポキシシランを反応させ、次にアミノシランを反応させたものを使用することにより、エポキシ樹脂硬化物に加撓性を付与することにより弾性率を下げること特徴とする。

ここでRは前記 (A) 式と同様であり、R₂はアミノ基を含むラジカルである。

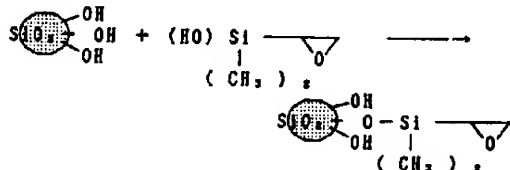
上記のアミノシランを具体的に例示すると、たとえば以下の構造式 (III)、(IV) で示されるものが使用される。



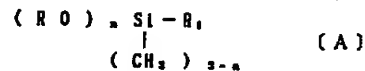
カップリング剤によるシリカ粉末の処理方法は、まずシリカ粉末に対して0.2～1.0重量%のエポキシシランを水に溶解し、以下の式で示されるものと推定される加水分解反応が起こる。



次に脱水縮合反応によりシリカ表面と反応させる。

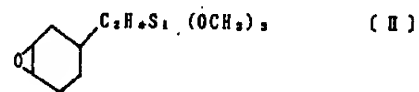
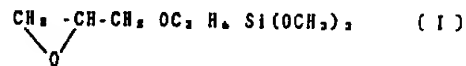


この発明で使用するエポキシシランは、たとえば以下のような一般式 (A) で表わされるものである。

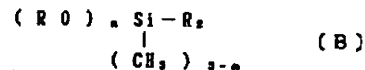


ここでRはCH₂またはC₂H₅基であり、R₁はエポキシ基を含むラジカルである。ただし、2ヶ所以上である。

上記のエポキシ基を含むエポキシシランを、具体的に例示すれば、以下の構造式 (I)、(II) に示すようなものが使用される。

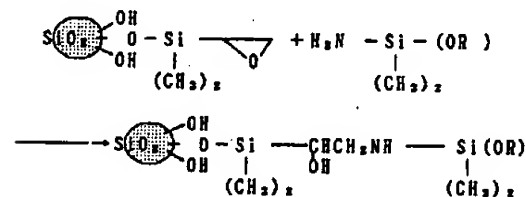


またアミノシランは、前記 (A) 式の内、R₁がアミノ基になったものであり、下記一般式 (B) で表されるものである。

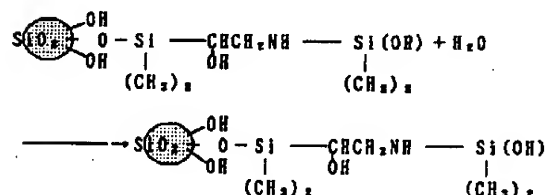


さらに、上記の処理シリカ粉末に対して、アミノシランを反応させる。下記のような反応が起こるものと推定される。

さらに上記処理品に対してアミノシランを反応させる。



最後に末端のアルコキシ基を加水分解反応によりシラノール基に変える。



以上のようにして得た表面処理シリカ粉末を使用して成形材料のような組成物を得るには、前記表面処理シリカとエポキシ樹脂と、その他必要に

応じて配合されるところの硬化剤、硬化促進剤、離型剤、前記以外の充填剤、顔料等の配合原料と混合あるいは混練することにより製造する。エポキシ樹脂としては、特に限定するものではないが、ビスフェノールA型ノボラック型、その他の脂環式エポキシ樹脂等が使用される。硬化剤としてはアミン類、フェノール樹脂、酸無水物等が、離型剤としては、たとえばワックス、ステアリン酸等が、充填剤としては熔融シリカ粉末、結晶シリカ粉末等が使用される。

以上の原材料、添加物は例示的趣旨であり前記以外のものでも適宜使用することができる。

以下実施例について述べる。

実施例1～4

シリカ粉末に対して、0.5重量%相当量の加水分解エポキシシラン（水に1重量%混合して加水分解させたもの）を混練した後、加熱乾燥させた。次にアミノシランを0.5重量%加えて混練し、80℃で1時間加熱してエポキシシランとアミノシランを反応させた。次に水を1重量%加え

た後、加熱乾燥させた。上記処理シリカ粉末66重量%、クレゾールノボラック型エポキシ樹脂20重量%、硬化剤（フェノールノボラック）12重量%、硬化助剤（第3級アミン）1.0重量%、離型剤（ワックス）0.5重量%、顔料0.5重量%をミキサにより混合し、ニーダを使用して混練して成形材料を製造した。

この成形材料より成形物を得て、曲げ弾性率の試験を行なった。その結果を第1表に示した。表から明らかなように、実施例は比較例に比べて曲げ弾性率が下がっており、封止される内部の索子等へかかる応力が低減されることがわかる。

〔以下、余白〕

第1表

	エポキシシラン	アミノシラン	曲げ弾性率 kg/mm ²
比較例1	-	-	1400
比較例2	構造式(I)	-	1400
比較例3	-	構造式(III)	1400
実施例1	構造式(I)	構造式(III)	1300
実施例2	構造式(I)	構造式(IV)	1350
実施例3	構造式(II)	構造式(III)	1300
実施例4	構造式(II)	構造式(IV)	1350

〔発明の効果〕

この発明は、エポキシ樹脂にシリカ粉末を配合する工程を有するエポキシ樹脂組成物を製造するに当り、シリカ粒子の表面に特定のエポキシシランを反応させ、ついで特定のアミノシランを反応させた後、アミノシランのアルコキシ基を加水分解させて表面処理シリカを得、つぎにこれをエポキシ樹脂に配合することを特徴とするので、弾性率が低くなるという効果がある。

特許出願人

松下電工株式会社

代理人弁理士 竹元敏丸

(ほか2名)